

AiF – Geschäftsstelle Berlin
Tschaikowskistraße 49
13156 Berlin

Sachbericht zum FuE-Vorhaben:

„Entwicklung biofunktionell modifizierter Cellulosefasern und ihre Anwendung in der Hauttherapie (Biocell); Entwicklung von mit Omega-3-Fettsäuren biofunktionell modifizierter Cellulosefasern“

Förderkennzeichen: KF 0031603UL6

Bewilligungszeitraum: 01.01.2007 bis 31.12.2008

Berichtszeitraum: 01.01.2007 bis 31.12.2008

____ Rudolstadt____, den _____

Unterschrift des Projektleiters, Stempel

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1.0 Aufgabenstellung	1
2.0 Ergebnisse	2
2.1 Spinnversuche zur Optimierung der Rezeptur	2
2.2 Analyse des Fettsäurespektrums	6
2.3 Einfluss der festen Additive auf das Fettsäurespektrum	7
2.4 Herstellung von Nadelvliesen	8
2.5 Nachweis der bioziden Wirkung	8
2.6 Garnerzeugung	8
2.7 Herstellung und Testung von textilen Flächengebilden	10
2.8 Zytotoxizitätstests an textilen Flächengebilden	11
2.9 Tragetests	11
3.0 Zusammenfassung	12
4.0 Abrechnung der Arbeitspakete	12
5.0 Einschätzung der Marktaussichten und Verwertungskonzept	12

1.0 Aufgabenstellung

Es ist bekannt und wissenschaftlich gesichert, dass Omega-3-Fettsäuren günstige Wirkungen auf menschliche Stoffwechselvorgänge haben. Sie sind zur Bildung bestimmter Gewebshormone, der Eicosanoide im menschlichen Körper notwendig. Diese Hormone spielen eine wichtige Rolle bei der Regulation vieler Stoffwechselprozesse, sie wirken entzündungshemmend, gefäßerweiternd und senken die Blutgerinnung.

Die Aufnahme von Omega-3-Fettsäuren erfolgt in der Regel gegenwärtig durch die Nahrungsmittelaufnahme und –ergänzung.

Das vorliegende FuE-Vorhabens soll hingegen neue Wege aufzeigen, die positive Wirkung von Omega-3-Fettsäuren bei transdermaler Applikation zu nutzen. Ziel des vorliegenden FuE-Projektes ist die Entwicklung biofunktionell modifizierter Cellulosefasern nach dem ALCERU®-Verfahren, wobei als Wirksubstanzen Omega-3-Fettsäuren in die Faser eingebracht werden und den so erzeugten Fasern antiallergene und entzündungshemmende Eigenschaften verleihen.

Als Trägersubstanzen für Omega-3-Fettsäuren werden natürliche pflanzliche Öle eingesetzt. Im Mittelpunkt der Betrachtungen standen dabei bisher native Öle mit hohem Alpha-Linolensäuregehalt wie Perillaöl und Leinöl und das Nachtkerzenöl mit einem hohen Anteil an Gamma-Linolensäure.

In den Arbeiten wurden die verschiedenen Möglichkeiten der Modifikation der Cellulosefasern mit nativen Ölen als Träger von Omega-3-Fettsäuren näher untersucht und hinsichtlich der technologischen Umsetzbarkeit innerhalb des ALCERU®-Verfahrens bewertet. Folgende Techniken der Inkorporation von nativen Ölen wurden im Berichtszeitraum experimentell untersucht:

- die Bindung von Omega-3-Fettsäuren in Sol/Gel-Matrizen auf silikatischer Grundlage. Durch Wasserentzug mittels Sprühtrocknung werden daraus silikatummantelte Wirkstoffteilchen erhalten. Inkorporation des so erhaltenen Wirkstoffteilchen in die Faser.
- die Technik der direkten Inkorporation von nativen Ölen in ALCERU®-Fasern. Ausgehend von den im TITK vorliegende Erfahrungen bei der Inkorporation von Paraffinen in eine Cellulosefasermatrix musste diese Inkorporationstechnik auf die Anforderungen bei nativen Ölen mit oxidationsempfindlichen ungesättigten Fettsäuren als Wirkstoff ausgerichtet werden.

In weiteren Arbeiten wurden die mittels Direktinkorporationstechnik nach dem ALCERU®-Verfahren erhaltenen Funktionsfasern auf ihre textile Verarbeitbarkeit hin untersucht. Die Faserzusammensetzung wurde optimiert und eine Versuchscharge eines funktionsfaserhaltigen Garns unter produktionsnahen Bedingungen hergestellt. Aus diesem Garn wurden textile Flächengebilde mittels Rundstricktechnik erzeugt. Die Trageeigenschaften solcher Muster-Hemden mit Funktionsfaseranteil wurden getestet.

2.0 Ergebnisse

2.1 Spinnversuche zur Optimierung der Rezeptur

Zur Beurteilung der technischen Machbarkeit der unterschiedlichen Inkorporationstechniken wurden eine Anzahl von Spinnversuchen mit unterschiedlichen Parametern durchgeführt.

Inkorporationstechnik mit silikatummantelten Ölteilchen

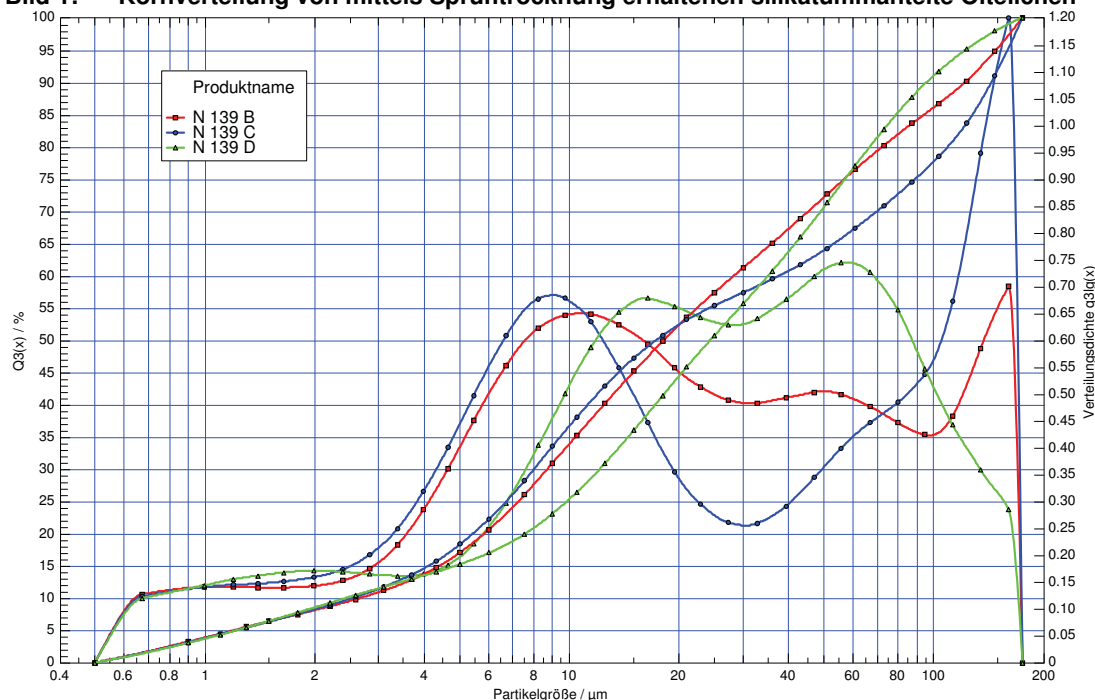
Es wurden Versuche zur Inkorporation von mittels Sol-Gel-Prozess hergestellter silikatisch gekapselten Ölteilchen durchgeführt. Dabei zeigte sich, dass die Korngrößenverteilung der mittels Sprühtrocknung erhaltenen gekapselten Ölpartikel nicht geeignet war Spinnversuche durchzuführen. Für die sichere Prozessführung beim Spinnen von ALCERU®-Fasern mit Faserfeinheiten im Bereich 2 dtex ist ein Oberkorn von unter 20 µm erforderlich. Bild 1 zeigt Kornverteilungskurven von mittels Sol-Gel-Prozess hergestellten und durch Sprühtrocknung erhaltenen Wirkstoffteilchen. Alle Proben besitzen einen für eine sichere Spinnprozessführung nicht tolerierbaren Oberkornanteil.

Zur Problemlösung wurden zwei Ansätze gewählt:

1. Zerstörung von gebildeten Aggregaten durch den Rühr- und Knetprozess während der Spinnlösungsherstellung.

Dazu wurde in einem Versuch das Produkt mit der besten Kornverteilung N139 C am Anfang der Spinnlösungsherstellung zur Zellstoff-Lösemittelmischung gegeben und während der Spinnlösungsherstellung über ca. 5 Stunden intensiv mit den Spinnlösungsbestandteilen gemischt. Beim anschließenden Spinnversuch kam es zu einem sofortigen starken Druckanstieg und zum Verstopfen der Düsen bereits nach 3- 5 Sekunden Spinnzeit. Die aus der Lösung hergestellte Folie zeigte, dass es nicht gelungen war, durch den Eintrag der Scherkräfte während des Löseschrittes die Partikel mit Korngrößen > 20 µm zu zerkleinern. Grobe Partikel sind in der Cellulosefolie deutlich sicht- und fühlbar.

Bild 1: Kornverteilung von mittels Sprühtrocknung erhaltenen silikatummantelte Ölteilchen



2. Mahlung der Granulate mit verschiedenen Aggregaten

Mit Unterstützung der Fa. Retsch wurden Mahlversuche mit den ölhaltigen Granulaten durchgeführt.

Mit dem Mahlgut des Spinnversuches 11723, einem perillaöhlhaltigem SiO₂-Granulat wurde ein Spinnversuch durchgeführt. Durch den sofort auftretenden Druckanstieg und das Verstopfen der Spinn Düsen war jedoch kein Ausspinnen von Faser möglich.

Im Ergebnis aller Löse- und Spinnversuche mit Zusatz von silikatisch gekapselten Ölteilchen zeigte sich, dass die Korngrößenverteilung dieser Feststoffzusätze einen stabilen Spinnprozess nicht ermöglicht. Die durchgeführten Mahlversuche führten nicht zu einer für die ALCERU®-Spinn-technologie ausreichenden Verringerung des Oberkorns. Daher konnte aus den bislang gefahrenen Spinnversuchen kein Fasermaterial erzeugt werden (Tab. 1).

Tab. 1 Versuchsübersicht Inkorporationstechnik mit silikatummantelten Ölteilchen

Versuchsnummer		V1056	V1102	V1103	V1104
		N 141 mit Perillaöl	N 144 mit Perillaöl	N 150 mit Perillaöl	Probe 11723 mit Perillaöl
Granulatzusatz	M.-%	50	50	50	50
Cellulose	M.-%	50	50	50	50
Viskosität	Pas	n.b.	3564	5731	4799
Spinnverlauf		kein Spinnversuch da Partikel im Mikrobild	kein Spinnprozess; Druckanstieg auf > 60 bar in 2 min	kein Spinnversuch da Partikel im Mikrobild	kein Spinnprozess; Druckanstieg auf > 100 bar in 2 min

Technik der direkten Inkorporation von nativen Ölen

In einem vom TITK bearbeiteten Forschungsvorhaben „Nanomodifizierte Cellulosefasern“ wurde der Einsatz von nanoskaligen festen Additiven zur Eigenschaftsmodifizierung von Cellulosefasern untersucht. Die Ergebnisse zeigten einen interessanten neuen Ansatz: Eine silicatische Nanokomponente wird als Additiv eingesetzt und wirkt als Phasenvermittler zwischen zwei thermodynamisch unverträglichen Komponenten. In diesen Arbeiten wurden als Nanokomponente organisch modifizierte Schichtsilicate und hydrophobe hochdisperse Kieselsäure eingesetzt. Als organische Komponente wurde ein n-Alkangemisch aus Hepta- und Oktadekan mit einem Schmelzpunkt von 28 °C eingesetzt. Die Arbeiten zeigten, dass es mit Hilfe von silikatischen Nanopartikeln möglich ist, unter Verfahrensbedingungen flüssige lipophile organische Substanzen wie n-Alkane in die Cellulosematrix zu inkorporieren. Dabei wirken silicatische Nanopartikel als Phasenvermittler zwischen der hydrophilen Cellulosematrix und der lipophilen organischen Substanz.

Ausgehend von den dort gewonnenen Erkenntnissen wurde in einer Versuchsserie die Einbringung von nativen Ölen als lipophile Komponente untersucht. Dabei wurde zunächst auf der Grundlage der Erfahrung bei der Inkorporation von Paraffinen in Cellulosefasern mit einer Übertragung der Technologie auf native Öle begonnen. In den weiteren Löseexperimenten und den durchgeführten Spinnversuchen wurde die Einarbeitungstechnologie in Hinblick auf einen sicheren Spinnverlauf und auf gute Fasereigenschaften optimiert. Auch das parallele Einarbeiten mehrerer lipophiler Komponenten wurde untersucht.

Aus allen Spinnversuchen wurden Fasern erhalten, die für weitere textilphysikalische und chemische Untersuchungen verwendet werden können.

Die durchgeführten Experimente sind in der Tab. 2 zusammengefasst:

Tab. 2 Versuchsübersicht Direktverfahren

Versuchsnummer		V1046	V1047	V1075	V1076
		Perillaöl	Nachtkerzenöl	Rapsöl	Leinöl
natives Öl	M.-%	34,9	37,3	35	35
Bentonit	M.-%	3,8	4,1	4	4
hochdisperse Kieselsäure	M.-%	11,5	5,3	11	11
Cellulose	M.-%	49,8	53,3	50	50
Viskosität	Pas	970	1670	1279	3804
Spinnverlauf		gut	sehr gut	ausreichend	gut
Faserwerte:					
Feinheit	dtex	2,0	1,6	1,6	1,7
Dehnung trocken	%	11,3	10,5	10,6	12,8
feinheitsbezogene Reißkraft	cN /tex	21,6	25,3	21,0	20,8
feinheitsbezogene Schlingenreißkraft	cN /tex	6,4	7,6	8,6	8,2

Versuchsnummer		V1077	V1153	V1154	V1155
		Perillaöl	Nachtkerzenöl	Leinöl + Nachtkerzenöl 1:1	Leinöl, L708271-1
natives Öl	M.-%	35	35	35	35
Bentonit	M.-%	4	4	4	4
hochdisperse Kieselsäure	M.-%	11	11	11	11
Cellulose	M.-%	50	50	50	50
Viskosität	Pas	3800	4705	4299	2163
Spinnverlauf		gut	gut	genügend	ausreichend
Faserwerte:					
Feinheit	dtex	1,7	1,7	2,8	1,9
Dehnung trocken	%	14,0	10,6	14,2	12,0
feinheitsbezogene Reißkraft	cN /tex	23,7	22,8	25,9	24,7
feinheitsbezogene Schlingenreißkraft	cN /tex	9,1	7,1	8,3	9,0

Mit der Technik der Direktinkorporation von lipophilen Additiven in eine Cellulosefasermatrix (Patent DE 102006046358) gelingt es, verschiedene native Öle in Gehalten bis zu 35 M.-% in eine Cellulosematrix einzuarbeiten. Dabei können Faserfeinheiten bis zu 1,6 dtex erreicht werden. Die textilphysikalischen Parameter zeigen gegenüber einer ungefüllten Lyocellfaser gleicher Feinheit zwar einen Abfall in den Festigkeitswerten, die erzielten Werte lassen jedoch keine Einschränkungen bei der textilen Verarbeitung erwarten.

Die REM-Aufnahmen der Fasern (Bilder 2 und 3) zeigen gut ausgebildete regelmäßige Fasern mit einer glatten Oberfläche.

Die textile Verarbeitbarkeit wurde in Kooperation mit einer Spinnerei untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass Stapelfasern mit Gehalten an nativen Ölen über 10 Masse-% sich nur eingeschränkt zu Garnen verarbeiten lassen. Durch die Oberflächenbelegung mit Öl kommt es zu Wickelerscheinungen an Umlenkorganen, so dass ein Verschneiden mit einer Baumwollfaser im Verhältnis 1:1 notwendig war.

Bild 2: ALCERU-Faser mit 35% Leinöl, 4% Schichtsilikat, 11,5% hochdisperse Kieselsäure (REM-Aufnahme)

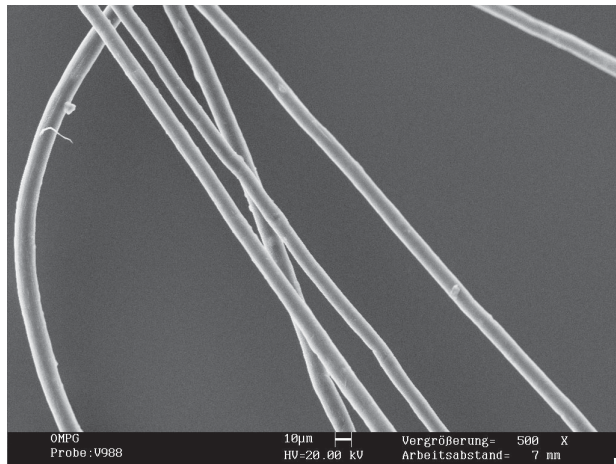


Bild 3: ALCERU-Faser mit 35% Leinöl, 4% Schichtsilikat, 11,5% hochdisperse Kieselsäure (REM-Aufnahme)

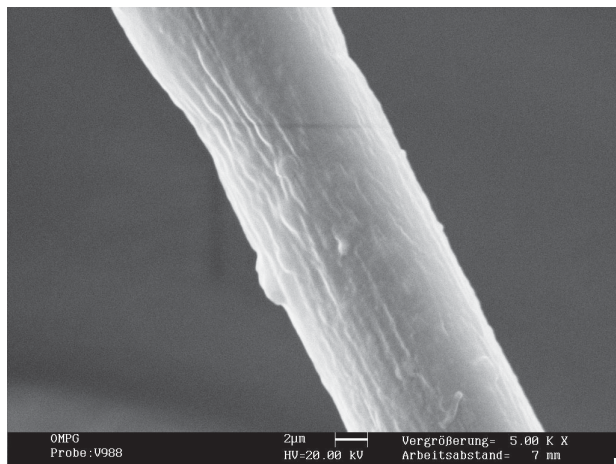
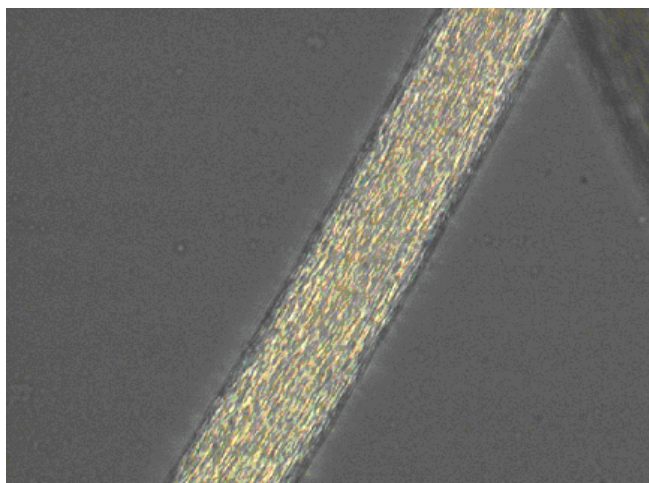


Bild 4: ALCERU-Faser mit inkorporierten lipophilen Bereichen (lichtmikroskopische Aufnahme, polarisiertes Licht)



2.2 Analyse des Fettsäurespektrums

Aus einer Analyse des Fettsäurespektrums eines nativen Öls ergibt sich der Gehalt an einfach und mehrfach ungesättigten Fettsäuren. Aus dem Anteil der essentiellen mehrfach ungesättigten Omega-3- und Omega-6-Fettsäuren am Gesamtfettsäurespektrum können Rückschlüsse auf die physiologische Wirkung des Öls gezogen werden.

Aus der Literatur ist bekannt, dass native Öle mit einem hohen Anteil an ungesättigten Fettsäuren zu oxidativen Polymerisationsprozessen neigen. Die Reaktionsgeschwindigkeit solcher oxidativen Prozesse ist abhängig von Temperatur, Oxidationsstärke des Mediums und dem Vorhandensein von katalytisch wirkenden Substanzen.

Bei der Technik der direkten Inkorporation von nativen Ölen in Cellulosefasern wird das Öl bereits am Beginn der Spinnlösungsherstellung zur Maische zugegeben und durchläuft den gesamten Prozess der Spinnlösungsherstellung. Dabei wird über 4 bis 6 Stunden bei Temperaturen um 90 °C und der Anwesenheit des oxidativ wirkenden Celluloselösemittels N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) gearbeitet. Aus diesem Grund muss untersucht werden, wie ein signifikanter Abbau der physiologisch wirksamen mehrfach ungesättigten Fettsäuren verhindert werden kann.

Tab. 3 zeigt eine Gegenüberstellung ausgewählter mehrfach ungesättigter Fettsäuren im zugesetzten nativen Öl und im Vergleich dazu im Extrakt der ölhaltigen ALCERU®-Faser.

Tab. 3 Gehalte ausgewählter ungesättigter Fettsäuren nach dem Spinnprozess

	Rapsöl „Holstengold“ (Aldi)	Faser mit Rapsöl	Nachtkerzenöl (Fa. Hees)	Faser mit Nachtkerzenöl	Perillaöl (GMBU)	Faser mit Perillaöl
Linolsäure C18:2n6	19,5%	17,1%	75,2%	68,6%	14,2%	14,9%
Omega-6 Linolensäure C18:3n6	0,4%	0,2%	9,5%	7,4%	0,04%	0,2%
Omega-3 Linolensäure C18:3n3	6,0%	8,2%	0,5%	4,4%	63,7%	56,8%

Bei den ungesättigten Fettsäuren ist ein geringer Abbau zu verzeichnen.

Dieser Gehaltsrückgang liegt im Verhältnis zum Ausgangswert bei 9 bis 12 %. Da die Gehalte an ungesättigten Fettsäuren in nativen Ölen bereits einer natürlichen Schwankungsbreite von ca. 10 % unterliegen, kann davon ausgegangen werden, dass es durch den Spinnprozess nicht zu einer signifikanten Beeinflussung der physiologischen Wirkung der eingesetzten nativen Öle kommt.

Die Analysenergebnisse bestätigen die Wirksamkeit des bei der Spinnlösungsherstellung zugesetzten Stabilisierungsmittels Propylgallat. Es wurde bei den durchgeführten Spinnversuchen der Spinnlösung in einer Konzentration von 0,6 M.-% (bezogen auf den Celluloseanteil) zugesetzt. Für weitere Versuche ist die Verwendung von Tocopherol (Vitamin E) als zusätzliches Stabilisierungsmittel vorgesehen.

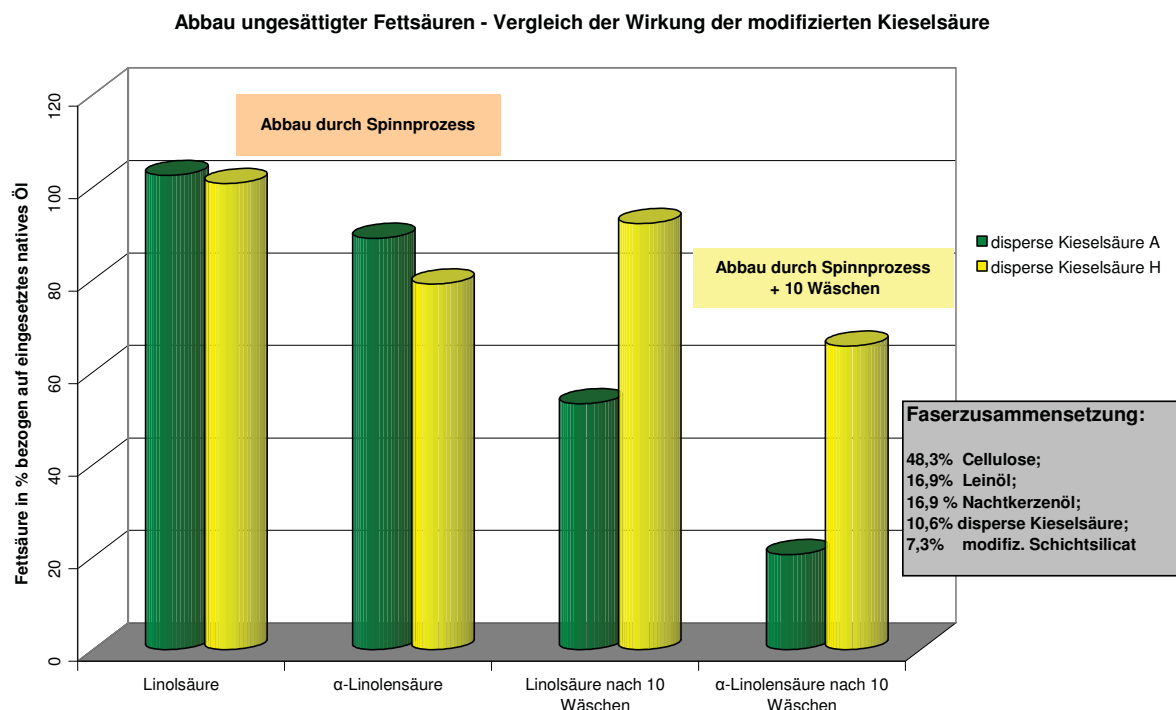
2.3 Einfluss der festen Additive auf das Fettsäurespektrum

Zur Untersuchung des Einflusses der Art der verwendeten nanoskaligen Kieselsäuren auf die Stabilität der lipophilen Phase und möglicher Verluste an physiologisch wertvollen ungesättigten Fettsäuren wurden Fasern gleicher Zusammensetzung hergestellt, wobei hochdisperse organisch modifizierte Kieselsäure von unterschiedlichen Herstellern verwendet wurden. Die Auswertung der chromatographischen Analyse der Fettsäurespektren (Bild 4) zeigt, dass durch den Spinnprozess der Ausgangsgehalt an Linolsäure unverändert bestehen bleibt während der Gehalt an alpha-Linolensäure abnimmt. Die Werte der alpha-Linolensäure in der Faser sinken auf 89 % bzw. 79 % des Ausgangsgehaltes.

Betrachtet man die Beständigkeit der in die Faser inkorporierten lipophilen Phase nach Waschversuchen (10 Maschinenwäschen, Standardprogramm 60 °C mit handelsüblichem Vollwaschmittel) ergibt sich eine Differenzierung entsprechend der eingesetzten hochdispersen Kieselsäure. Die Verluste an Fettsäuren bei Verwendung von Kieselsäure A betragen bei Linolsäure 47 % und bei alpha-Linolensäure 79 %. Bei Einsatz der Substanz H als nanoskaliger Feststoff verringern sich die Verluste auf nur noch 8 % bei Linolsäure und auf 34 % bei alpha-Linolensäure.

Im vorliegenden Fall ist die Verwendung der Kieselsäure H für den weitgehenden Erhalt der im nativen Öl enthaltenen alpha-Linolensäure notwendig. Ein Austausch dieser Komponente gegen eine Kieselsäure eines anderen Herstellers führt zu einem deutlich höheren Verlust an dieser Omega-3-Fettsäure.

Bild 5: Stabilität von Linolsäure und alpha-Linolensäure in Abhängigkeit von der eingesetzten hochdispersen Kieselsäure



2.4 Herstellung von Nadelvliesen

Zur Testung der physiologischen Wirksamkeit der ölhaltigen Fasern in der Hauttherapie wurden Nadelvliese als textile Flächengebilde hergestellt. Dabei konnte 100 % der mit Öl ausgestatteten Faser eingesetzt werden. Um die Testaussagen nicht zu verfälschen, wurden die Fasern nicht aviviert oder in anderer Form ausgerüstet oder modifiziert. Die Fliese wurden aus den Stapelfasern (38 mm Schnitt) mit einer Flächenmasse von 220 g/cm² hergestellt:

- Nadelvlies aus 100 % ALCERU®-Faser V 1075 (mit 35 % Rapsöl)
- Nadelvlies aus 100 % ALCERU®-Faser V 1076 (mit 35 % Leinöl)
- Nadelvlies aus 100 % ALCERU®-Faser V 1077 (mit 35 % Perillaöl)
- Nadelvlies aus 100 % ALCERU®-Faser V 1078 (Cellulosefaser ohne Zusätze)

2.5 Nachweis der bioziden Wirkung

Die biozide Wirkung der inkorporierten nativen Öle wurde an den Nadelvliesen V 1075 bis V 1078 getestet. Dabei zeigte sich eine ausgesprochene wachstumshemmende Wirkung gegenüber *Escherichia coli* bei der leinöhlhaltigen Faser V 1076. Die perillaöhlhaltige Faser V 1077 wirkt ebenfalls antibakteriell. Die Wirkung von Rapsöl als Faserzusatz ist zwar im Vergleich zur Kontrollprobe noch festzustellen, fällt aber in der antibakteriellen Wirksamkeit gegenüber *Escherichia coli* deutlich hinter Leinöl und Perillaöl als Faserzusatz zurück (Tab. 4).

Tab. 4 Untersuchungen der antibakteriellen Wirkung gegenüber *Escherichia coli*

Bakterientest *Escherichia coli* (gram negativ)

Proben-Nr.	Zusatz	Keimzahl 24h			
		10 ⁵	10 ⁴	10 ³	10 ²
V 1075, Untersuchung 1	Rapsöl	24	154	+++	++++
V 1075, Untersuchung 2	Rapsöl	35	120	+++	++++
V 1076, Untersuchung 1	Leinöl	/	/	/	/
V 1076, Untersuchung 2	Leinöl	/	/	/	/
V 1077, Untersuchung 1	Perillaöl	/	/	++	+++
V 1077, Untersuchung 2	Perillaöl	/	/	/	/
V 1078, Untersuchung 1	Kontrolle ohne Zusatz	135	173	+++	++++
V 1078, Untersuchung 2	Kontrolle ohne Zusatz	201	356	+++	++++

2.6 Garnerzeugung

Zur Herstellung von Demonstratoren für Tragetests war es notwendig, die textile Verarbeitbarkeit des Materials zu testen. Dazu wurden unter produktionsnahen Bedingungen die Verarbeitbarkeit der Stapelfasern mit inkorporierten nativen Ölen zu Garnen untersucht. Bei der Garnerzeugung aus Stapelfasern durchlaufen die Einzelfasern die Streckeinrichtung auf der eine Parallelisierung und Ausrichtung der Einzelfasern erfolgt. Bei diesen Verarbeitungsschritten spielen Oberflächeneigenschaften, die die Haft- und Gleitreibung des Fasermaterials verändern können eine große Rolle.

Da sich bei der Inkorporation von Ölen in die Fasermatrix ein Teil des inkorporierten Öls in oberflächennahen Bereichen befindet, wurde auf eine bei Lyocellfasern sonst übliche Avivage mit lipophilen Substanzen verzichtet. Es sollte untersucht werden, in wieweit die vorhandene Ölaufgabe für die textile Verarbeitung zu Garnen geeignet ist.

Tab. 5 Test der Verarbeitbarkeit zu Garnen

Versuchsnummer		V1191	V1192	V1193	V1197
		Leinöl + Nachtkerzenöl 1:1	Leinöl + Nachtkerzenöl 1:1	Leinöl + Johanneskrautöl 1:1	Leinöl + Nachtkerzenöl 1:1
Summe natives Öl	M.-%	35	35	35	27,2
Faserwerte:					
Feinheit	dtex	1,75	1,67	1,68	1,73
Dehnung trocken	%	11,3	10,8	12,6	11,8
feinheitsbezogene Reißkraft	cN /tex	20,2	20,1	20,2	24,0
feinheitsbezogene Schlingenreißkraft	cN /tex	5,8	5,8	5,7	5,4
Eignung zur Garnerzeugung		keine Verarbeitung mögl., zu hohe Ölaufgabe			

Dabei zeigten die in Tab. 4 zusammengefassten Versuche mit 35 % und 27 % nativem Öl unabhängig von der Art des verwendeten Öls, dass die Ölaufgabe auf der Faseroberfläche bereits zu hoch ist, um eine Verarbeitbarkeit zu Garnen zu ermöglichen. Die Ölaufgabe auf der Faseroberfläche führt zu einer Verklebung von Umlenkorganen und Zylinderbezügen bei der Garnherstellung und muss daher reduziert werden.

Tab. 6 Test der Verarbeitbarkeit zu Garnen, Reduzierung Ölgehalt

Versuchsnummer		V1211	V1212	V1223	V1273
		Leinöl + Nachtkerzenöl 1:1	Leinöl + Nachtkerzenöl 1:1	Leinöl + Nachtkerzenöl 1:1	Leinöl + Nachtkerzenöl 1:1
Summe natives Öl	M.-%	25,2	15,4	8,7	8,7
Faserwerte:					
Feinheit	dtex	1,72	1,65	1,65	1,84
Dehnung trocken	%	12,0	11,5	10,2	11,6
feinheitsbezogene Reißkraft	cN /tex	26,5	34,9	37,2	30,5
feinheitsbezogene Schlingenreißkraft	cN /tex	7,4	7,6	7,1	9,7
Eignung zur Garnerzeugung		keine Verarbeitung mögl., zu hohe Ölaufgabe		geeignet bei Abmischung mit 50% CO	

Die in Tab. 5 zusammengefassten Versuche zur Reduzierung des Ölgehaltes zeigen, dass ab einem Gesamtölgehalt von 8,7 % (Summe aus Leinöl und Nachtkerzenöl im Verhältnis 1:1) ein Fasermaterial erhalten wird, das mit einer Beimischung mit 50 % Baumwollfaser stabil zu Garnen verarbeitbar ist.

Bild 6: Faser V 1273 (Leinöl, Nachtkerzenöl) als Wirkstoff-Faser zur Herstellung von Demonstratoren



2.7 Herstellung und Testung von textilen Flächengebilden

Aus einem Garn Nm 50/1 mit Lyocell-Wirkstoff-Faser (50 % Lyocell V1273, 50 % Baumwolle) wurden mittels Rundstricktechnik textile Flächengebilde erzeugt. Diese Flächengebilde sollen zum Testen der textilen Verarbeitbarkeit der Lyocell-Funktionsfaser und zum Erzeugen textiler Flächen für Wirksamkeitstests dienen. Die Herstellung der Rundstrickware aus dem funktionsfaserhaltigem Garn war mit produktionsnahen Verfahren ohne besonderen Aufwand mit konventioneller Stricktechnik möglich. Die Produkte wurden zum Teil für Tragetests als Leibwäsche konfektioniert. Auch die fertig konfektionierten Hemden aus dem funktionsfaserhaltigem Garn zeigen den charakteristischen leinölartigen Geruch. Dieser Befund zeigt, dass die Ölkomponente auch nach der textilen Verarbeitung im Endprodukt sensorisch nachweisbar ist.

Bild 7: Demonstrator: Hemd aus Garn mit 50% Baumwolle und 50% Funktionsfaser V 1273



2.8 Zytotoxizitätstest an textilen Flächengebilden

Die am Forschungsinstitut Hohenstein durchgeführte Prüfung des funktionsfaserhaltigen Textils auf das zytotoxischen Potential ermöglicht erste Aussagen zur biologischen Wirkung der Funktionsfasern.

Die Prüfung auf Zytotoxizität nach DIN EN ISO 10993-5 wird an Zellkulturen durchgeführt. Die Zellkultur wird beim Test mit einem Eluat aus künstliche saure Schweißlösung des zu prüfenden Textilproduktes versetzt und das Zellwachstum ermittelt. Bei Anwesenheit zelltoxischer Substanzen zeigen sich veränderte Proliferations- und Teilungsraten der Zellen. Die Freisetzung toxischer Substanzen aus einem Textilprodukt ist Voraussetzung für die Entstehung einer Hautirritation. Die Prüfung auf Zytotoxizität erlaubt die Beurteilung eines Gefahrenpotentials zur Hautirritation. Dieses wird als Summenparameter erfasst. Eine Analytik von zytotoxischen Einzelsubstanzen findet bei diesem Test nicht statt.

Als Ergebnis des beschriebenen Zytotoxizitätstest zeigte der Schweißextrakt der Probe Rundstricktextil aus 50 % Lyocell V1273 und 50 % Baumwolle eine Wachstumshemmung von 74 %. Die Stoffprobe zeigt also eine biologische Aktivität. Dieser Prüfbefund weist auf ein Gefahrenpotential zur Hautirritation hin, sagt jedoch nichts über eine konkrete Wirkung von Einzelsubstanzen aus.

Bereits in Kap. 3.5 wurde an leinöhlhaltigen Fasern eine biologische Aktivität nachgewiesen. So zeigt die leinöhlhaltige Faser V 1076 eine ausgesprochene wachstumshemmende Wirkung gegenüber Escherichia coli. Überträgt man diesen Befund auf die getestete textile Fläche könnte die im Zytotoxizitätstest gefundene biologische Aktivität auch auf die Eigenschaften des Leinöls und der zugesetzten Stabilisierungssubstanz Tocopherol (Vitamin E) zurückzuführen sein.

Ausgehend von der als Summenparameter festgestellten biologischen Wirkung sollte die chemische Analyse und Bewertung der biologischen Wirksamkeit von aus dem Textil freigesetzten Einzelsubstanzen Gegenstand weiterer Untersuchungen sein.

2.9 Tragetests

Der Nachweis der Wirksamkeit der Textilien mit nativen Ölen und Omega-3-Fettsäuren als Wirksubstanz erfolgte mittels Tragetests an Probanden. Die Trageversuche wurden vom Projektpartner ISKIA GmbH & Co. KG Medizintechnik ausgeführt und bewertet.

Die Probanden gaben folgende Schwerpunkte an:

- positiver Tragekomfort
- positives Einwirken auf die Haut:
 - weniger Hautspannungen
 - weniger Haut-Sprödigkeit
- beim Tragen der Hemden wurde ein Wohlgefühl empfunden
- keine Linderung des Juckreizes bei Neurodermitis
- keine Verbesserung der Symptome bei akuter Neurodermitis

Der charakteristische Leinölgeruch der Hemden wurde von den Probanden beanstandet. Nach zweimaligem Waschen war der Ölgeruch stark reduziert, das Wohlgefühl beim Tragen aber noch vorhanden.

3.0 Zusammenfassung

Die angestrebten Projektziele konnten erfüllt werden:

Es konnte eine Technologie erarbeitet werden, um native Öle wie Rapsöl, Perillaöl, Nachtkerzenöl oder Leinöl in Spinnlösungen des ALCERU®-Verfahrens einzuarbeiten und aus diesen Spinnlösungen cellulosische Funktionsfasern vom Baumwoll-Typ herzustellen.

Die so hergestellten Fasern enthalten die Ölkomponente in einer Konzentration von bis zu 35 Masse - % als homogen über das gesamte Faservolumen verteilte Komponente. Die bei der Faserherstellung auftretenden Verluste an wichtigen Omega-3-Fettsäuren können durch den Zusatz von Oxidationsinhibitoren wie Propylgallat und Tocopherol auf unter 10 % begrenzt werden.

Nadelvliese von Fasern mit einem hohem Gehalt an Leinöl und Perillaöl zeigen eine Reduzierung der Keimzahl von Escherichia coli .

Die textile Verarbeitung zu Garnen ist auf Grund der auf der Faseroberfläche vorhandenen Ölaufage nicht uneingeschränkt möglich. Lyocell-Funktionsfasern mit einem Gesamtölgehalt von 8,7 % lassen sich in 1:1 Mischung mit Baumwolle unter produktionsnahen Bedingungen zu einem Stapelfasergarn verarbeiten.

Aus diesem Funktionsfasergarn wurden textile Demonstratoren in Form von Hemden hergestellt. Die textile Verarbeitung war ohne spezielle technische Aufwendungen möglich. Die Textilien zeigen den typischen Leinöl-Geruch.

Die Trageeigenschaften der textilen Muster wurden von den Testern ohne Ausnahme positiv beurteilt. Es stellte sich bei allen Testern ein positives Tragegefühl ein und es wurden subjektive Verbesserungen bezüglich Hautspannungen und Haut-Sprödigkeit beschrieben. Eine Linderung oder Verbesserung der Hautprobleme bei Neurodermitispatienten trat nicht ein.

4.0 Abrechnung der Arbeitspakete

Der Arbeits- und Zeitplan wurde eingehalten. Der beantragte Personaleinsatz war notwendig und durch die angefallenen Arbeiten begründet. Bei der Bearbeitung des F+E-Projekts „Biocell“ wurden die Mittel wirtschaftlich und sparsam eingesetzt.

5.0 Einschätzung der Marktaussichten und Verwertungskonzepte

Ausgehend von den insgesamt positiven Projektergebnissen zeigen sich für die wirtschaftliche Verwertung dieser innovativen Omega-3-fettsäurehaltigen Fasern eine Reihe von Anwendungsfeldern. Wir sehen Vermarktungsschwerpunkte im Bereich Wellness- und Kosmetotextilien. Die Aussagen der Tester der Musterhemden bestätigen die gute Wirkung die zu einem Wohlgefühl beim Tragen solcher „Omega-3-Hemden“ führt. Auch Eigenschaften wie die Verringerung von Hautspannungen und Hautsprödigkeit wurden von allen Testpersonen bestätigt.

Erforderlich für eine Überführung der hier beschriebenen Entwicklung in ein marktfähiges Produkt sind jedoch noch eine Reihe von Optimierungen, Prüfungen und Zertifizierungen.

Die Projektpartner werden sich verständigen, wie die weiteren Arbeiten zur kommerziellen Nutzung der Projektergebnisse und zur Einführung eines Produktes gestaltet werden können.

Verwertung durch das TITK

Das TITK erwartet in der Folge des abgeschlossenen F+E-Projektes weitere Aufträge zur Forschung und Produktentwicklung im Anwendungsfeld Kosmeto- und Wellnesstextilien. Durch die Beschäftigung mit der Fragestellung des Inkorporierens von nativen Ölen in cellulosische Fasern ist die Kompetenz des TITK auf diesem anspruchsvollen interdisziplinären Arbeitsgebiet gestärkt und erweitert worden. Der Kontakt zu Verarbeitern Prüfstellen und Anwendern solcher innovativen Textilien wurde erweitert und ausgebaut. Das schafft Synergien für die Arbeit an anderen F+E-Projekten.

In Absprache mit den Projektpartnern soll eine weitere Entwicklung und Optimierung von textilen Produkten mit dieser Spezialfaser erfolgen. Das TITK wird diese Entwicklung aktiv begleiten und kann Mustermengen an Funktionsfasern zur Verfügung stellen.

Bei der Anforderung größerer Mengen Fasern für Versuchsproduktion, Nullserien etc. ist eine Überführung der Technologie der Direktinkorporation auf die Lyocell-Produktionsanlage der smartfiber AG erforderlich. Eine solche Maßstabsvergrößerung und Überführung auf eine industrielle Anlage kann vom TITK wissenschaftlich begleitet werden. Daraus sind Einnahmen zu erzielen. Bei einer dauerhaften kommerziellen Nutzung dieser Technologie zur Herstellung von ölhaltigen Spezialfasern wird das Institut über Lizenzeinnahmen an der Verwertung dieser F+E- Ergebnisse partizipieren.